

## [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 01111345.6

[43] 公开日 2002 年 1 月 30 日

[11] 公开号 CN 1333317A

[22] 申请日 2001.1.18 [21] 申请号 01111345.6

[30] 优先权

[32] 2000.1.18 [33] US [31] 09/484,242

[32] 2000.12.21 [33] US [31] 09/740,825

[71] 申请人 普莱克斯·S·T·技术有限公司

地址 美国康涅狄格州

[72] 发明人 L·刘

D·克沃克

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

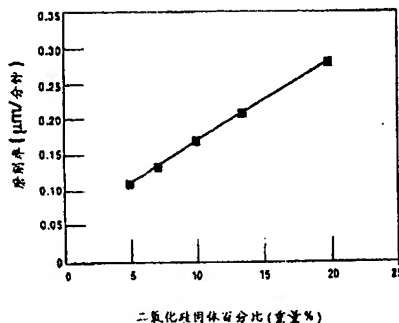
代理人 吴大建 杨九昌

权利要求书 2 页 说明书 11 页 附图页数 1 页

[54] 发明名称 抛光浆料

[57] 摘要

本发明的抛光浆料包括平均颗粒直径小于约  $5\mu\text{m}$  的抛光颗粒。该浆料还包括至少约 0.5 总重量百分数的氧化剂,它选自下组中的至少一种:  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ ,  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  和  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ 。少且有效量的助氧化剂促进对基片的磨削,其中助氧化剂选自下组:过溴酸盐、高氯酸盐、高碘酸盐、过硫酸盐、高锰酸盐、硝酸铁、含铈盐、过苯甲酸类、硝酸盐化合物、过硼酸盐化合物、次氯酸盐化合物、亚氯酸盐化合物和氯化物化合物;以及平衡水形成含水浆料。



ISSN 1008-4274

## 权 利 要 求 书

1.一种抛光浆料,它含有平均颗粒直径小于约  $5\mu\text{m}$  的抛光颗粒;至少约 0.5 总重量百分比的氧化剂;少且有效量的至少一种助氧化剂和平衡水,其中氧化剂选自下组中的至少一种:  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ ,  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  和  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ; 助氧化剂选自下组: 过溴酸盐、高氯酸盐、高碘酸盐、过硫酸盐、高锰酸盐、硝酸铁、含铈盐、过苯甲酸类、硝酸盐化合物、过硼酸盐化合物、次氯酸盐化合物、亚氯酸盐化合物和氯化物化合物。

2.按照权利要求 1 的抛光浆料,其中助氧化剂选自下组:  $\text{KIO}_4$ ,  $\text{NaIO}_4$ ,  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ,  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ,  $\text{KMnO}_4$ ,  $\text{Al}(\text{ClO}_4)_3$ ,  $\text{KClO}_4$ ,  $\text{NaClO}_4$ ,  $\text{NH}_4\text{ClO}_4$ ,  $\text{Fe}(\text{ClO}_4)_3$ ,  $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$ ,  $\text{NaNO}_2$ ,  $\text{KCl}$ ,  $\text{NaBO}_3$ ,  $\text{ClC}_6\text{H}_4\text{CO}_3\text{H}$ ,  $\text{NaClO}$ ,  $\text{NaClO}_2$  和  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 。

3.一种抛光浆料,它含有约 2 到 60 重量百分比的抛光颗粒分散体,抛光颗粒的平均颗粒直径小于约  $1\mu\text{m}$ ; 约 0.5 到 7.5 总重量百分比的氧化剂; 约 0.01 到 4 总重量百分比的至少一种助氧化剂; 抗凝剂以及平衡水,其中氧化剂选自下组中的至少一种:  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ ,  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  和  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ; 助氧化剂选自下组: 过溴酸盐、高氯酸盐、高碘酸盐、过硫酸盐、高锰酸盐、硝酸铁、含铈盐、过苯甲酸类、硝酸盐化合物、过硼酸盐化合物、次氯酸盐化合物、亚氯酸盐化合物和氯化物化合物。

4.按照权利要求 3 的抛光浆料,其中助氧化剂选自下组:  $\text{KIO}_4$ ,  $\text{NaIO}_4$ ,  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ,  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ,  $\text{KMnO}_4$ ,  $\text{Al}(\text{ClO}_4)_3$ ,  $\text{KClO}_4$ ,  $\text{NaClO}_4$ ,  $\text{NH}_4\text{ClO}_4$ ,  $\text{Fe}(\text{ClO}_4)_3$ ,  $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$ ,  $\text{NaNO}_2$ ,  $\text{KCl}$ ,  $\text{NaBO}_3$ ,  $\text{ClC}_6\text{H}_4\text{CO}_3\text{H}$ ,  $\text{NaClO}$ ,  $\text{NaClO}_2$  和  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 。

5.按照权利要求 3 的抛光浆料,其中助氧化剂是高碘酸盐。

6.一种抛光浆料,它含有约 2 到 60 重量百分比的抛光颗粒分散体,抛光颗粒的平均颗粒直径约 0.01 到  $1\mu\text{m}$ ; 约 0.5 到 5 总重量百分比的氧化剂; 约 0.05 到 2 总重量百分比的至少一种助氧化剂; 抗凝剂以及平衡水,其中抛光颗粒选自下组: 二氧化硅、氧化铝、二氧化铈、氧化锆和二氧化钛; 其中氧化剂选自下组中的至少一种:  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ ,  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  和  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ; 助氧化剂选自下组: 过溴酸盐、高氯酸盐、高碘酸盐、过硫酸盐、

高锰酸盐、硝酸铁、含铈盐、过苯甲酸类、硝酸盐化合物、过硼酸盐化合物、次氯酸盐化合物、亚氯酸盐化合物和氯化物化合物。

- 7.按照权利要求 6 的抛光浆料, 其中助氧化剂选自下组:  $\text{KIO}_4$ ,  $\text{NaIO}_4$ ,  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ,  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ,  $\text{KMnO}_4$ ,  $\text{Al}(\text{ClO}_4)_3$ ,  $\text{KClO}_4$ ,  $\text{NaClO}_4$ ,  $\text{NH}_4\text{ClO}_4$ ,  
5  $\text{Fe}(\text{ClO}_4)_3$ ,  $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$ ,  $\text{NaNO}_2$ ,  $\text{KCl}$ ,  $\text{NaBO}_3$ ,  $\text{ClC}_6\text{H}_4\text{CO}_3\text{H}$ ,  $\text{NaClO}$ ,  $\text{NaClO}_2$  和  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 。

8.按照权利要求 6 的抛光浆料, 其中助氧化剂是选自于下组的盐: 铁盐和铈盐, 并且该盐含有配位体或螯合剂来稳定。

9.一种抛光方法, 它包括下列步骤:

- 10 a)把前体抛光浆料倒入混合容器中, 该前体抛光浆料含有平均颗粒直径小于约  $5\mu\text{m}$  的抛光颗粒; 至少约 0.5 总重量百分比的氧化剂和平衡水, 其中氧化剂选自下组中的至少一种:  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ ,  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  和  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ;  
b)在混合容器中把少且有效量的至少一种助氧化剂与前体抛光浆料混合形成一  
15 种活性抛光浆料, 其中助氧化剂选自下组: 过溴酸盐、高氯酸盐、高碘酸盐、过硫酸盐、高锰酸盐、硝酸铁、含铈盐、过苯甲酸类、硝酸盐化合物、过硼酸盐化合物、次氯酸盐化合物、亚氯酸盐化合物和氯化物化合物; 和  
c)用活性抛光浆料抛光基片, 用标准电极测定该活性抛光浆料具有其至少约 80 %的混合氧化势。  
20 10.按照权利要求 9 的抛光浆料, 其中助氧化剂选自下组: 过硫酸盐、过苯甲酸、硝酸盐、过硼酸盐、次氯酸盐和亚氯酸盐。

## 抛光浆料

- 5 本发明涉及抛光浆料。具体来说，本发明涉及以增强磨削率和降低表面粗糙度抛光镀镍硬盘的浆料。

记忆硬盘介质的一般生产工艺包括把镍磷合金层镀到铝盘基片上。用细的抛光浆料把这种镍合金表面抛光得到平滑的表面。然后这种抛光的镀镍基片适用于磁储藏介质层，如用于硬盘。在硬盘驱动器生产中更大储存能力的增长要求使得硬盘介质上的面密度的实质增加成为必要，即每单位面积区域的数据储存能力。这要求在刚性硬盘的生产中作显著的改进，包括提高镀覆的均匀性、  
10 抛光后降低表面粗糙度以及改善质地特征。抛光工艺是要求完成这些新要求的关键因素之一。

表面检查计量学的重大发展已经使得硬盘生产能够检查以前不能检测到的微小表面缺陷。这种技术的发展已经使得减少缺陷的抛光参数最优化，包括：  
15 抛光循环次数；抛光压力和抛光机上下表面的磨削率。优化的抛光参数需要较高程度的鉴定和次数的消耗。在可消耗区域，如抛光垫、磨蚀浆料和清理物质中也已经进行了其他改进。不幸的是，常用的氧化铝浆料（5 到 50m<sup>2</sup>/g 表面积和 1 到 10μm 平均直径，大小分布）给基片表面带来了细小的划痕和细小的凹点。因为这些浆料带来了这些缺陷，对硬盘生产来说使用常用的氧化铝浆料很难得到光滑表面即小于 3Å 的粗糙度，该粗糙度对磁性层的优良沉积是优选的。  
20

常用的抛光浆料在抛光基片后会造成磁性层的不均匀的镀覆。因为磁头和磁性层之间间隙小于 0.2μm，磁性层上的微小表面缺陷，如球结节会撞击和损坏磁头。其他缺陷，如划痕和凹点在硬盘上读取或写信息时会引起错误。对这些缺陷来说，有好几种可能的原因，包括：1)氧化铝磨料的表面形态是不规则的或包括锋利的边缘，在这些磨料对基片表面的研磨作用导致抛光划痕；2)在磨料大小降低工艺中产生的不希望细小氧化铝颗粒的存在引起细小凹点；和  
25 3)在抛光浆料中和在抛光垫缝隙中氧化铝颗粒的凝集引起基片表面上的划痕或凹点。由于上述原因，硬盘生产很难达到无缺点和低粗糙度的表面，即用常规的以氧化铝为基础的浆料，Ra（由峰到谷的高度）低于 3Å。  
30

计算机硬盘工业对无缺陷和低粗糙度表面的增长需求已经强迫浆料生产者开发另外一种抛光剂，如来源于胶体状的金属氧化物的溶液。这些胶体颗粒的平均直径一般在 0.01 到  $1\mu\text{m}$  的范围；而这些小而柔软的颗粒潜在地提供了基片的改良表面特性。但是，浆料生产者目前遇到关于胶体浆料的两个问题。首先是这些浆料的抛光速率实际上低于常规的以氧化铝为基础的浆料，从而为了保持所要求的生产量，硬盘生产者使用胶体为基础的浆料必须增加抛光的循环次数、浆料的消耗以及甚至到抛光机的数量。其次，由于这些胶体颗粒的尺寸较小、离子强度较高和 pH 范围较低的缘故，它们也有很强的聚集、凝结和胶凝趋向。所以，胶体浆料通常有较短的或不够长的储存期。

生产者已经试图使用较小的和/或较软的氧化铝基的磨料颗粒和不同化学添加剂，如络合剂和氧化剂来降低或消除表面的不规则性。而且，浆料生产者已经试图使用各种不稳定的氧化剂，如过氧化氢、硝酸铝和硝酸铁来提高抛光磨削率。这些氧化剂不能提前与浆料混合；硬盘生产者必须在使用时才加入这些氧化剂，如硝酸铁。由于硝酸铁会污染抛光设备，所以使用它也是不理想的。

其他生产者已经使用各种不常用的磨料，如勃姆石和火成金属氧化物来实现基片表面的光滑。Kodama 等在 US 5,575,837 公开了使用过硫酸盐增强剂与二氧化硅溶胶或凝胶。另外，Streinz 等在 PCT 公开号 98/23697 中公开了使用  $2\text{KHSO}_5 \cdot \text{KHSO}_4 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4$  三聚盐（约 50% 单过硫酸盐）或过氧化氢氧化剂与硝酸铁催化剂结合火成二氧化硅和氧化铝分散体用于抛光硬盘基片。

Dromard 等在 US 5,418,273 中公开了使用阴离子分散剂，如聚丙烯酸钠或聚甲基丙烯酸钠。这些分散剂稳定了无水氧化铝和二氧化硅的含水悬浮液用于造纸工业涂覆。一些浆料生产者已经试图稳定碱性的胶体二氧化硅浆料，它在延长的时期是稳定的。尽管该悬浮液是稳定的，但是抛光率实际上低于常用的酸性氧化铝浆料。向这些浆料中加入各种化学氧化剂，如过氧化氢、硝酸铝和硝酸铁能够增加它们的抛光率。这些氧化剂或降低浆料的储存期或它们在到达最终使用者前已经变得不稳定。另外一种方法是在使用时向该浆料中加入氧化剂溶液；但是，因为在最终使用者处需要危险物质的特殊操作和存放设施，对硬盘生产者来说是不理想的。

本发明的一个目的是提供一种降低金属基片表面粗糙度的浆料。

本发明的另一个目的是提供一种加快抛光过程的浆料。

本发明的又一个目的是提供一种具有增强抛光特性和使表面缺陷降低到最小的稳定的胶体抛光浆料。

本发明还有一个目的是提供一种具有对计算机硬盘的 Ni-P 镀覆基片有改良抛光性能的抛光浆料。

- 5 该抛光浆料包括平均颗粒直径小于约  $5\mu\text{m}$  的抛光颗粒。该浆料包括至少约 0.5 总重量百分比的氧化剂，它们选自下组中的至少一种： $\text{HNO}_3$ 、 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 、 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 、 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  和  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ 。少且有效量的助氧化剂，选自下组中：过溴酸盐、高氯酸盐、高碘酸盐、过硫酸盐、高锰酸盐、硝酸铁、含铈盐、过苯甲酸类、硝酸盐化合物、过硼酸盐化合物、次氯酸盐化合物、亚氯酸盐化合物和氯化物化合物，它们加速了基片的磨削；以及形成含水浆料平衡的水。
- 10

- 抛光方法任选包括下列步骤来保持氧化势。首先，把前体抛光浆料加到混合容器中，该抛光浆料包括抛光颗粒；至少约 0.5 重量百分比的总氧化剂，该氧化剂选自至少下组中的一种： $\text{HNO}_3$ 、 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 、 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 、 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  和  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ；和平衡水。然后把少且有效量的助氧化剂混入前体抛光浆料中形成活性抛光浆料，助氧化剂选自下组中至少一种：过溴酸盐、高氯酸盐、高碘酸盐、过硫酸盐、高锰酸盐、硝酸铁、含铈盐、过苯甲酸类、硝酸盐化合物、过硼酸盐化合物、次氯酸盐化合物、亚氯酸盐化合物和氯化物化合物。接着，用含有助氧化剂至少 80% 的具有混合氧化势的该活性抛光浆料抛光基片，使抛光率最大。
- 15

- 20 图 1 显示了镍料磨削率随着二氧化硅胶体浓度的变化。

- 本发明涉及改善了抛光性能的抛光浆料组合物。这些浆料包括磨料颗粒或胶体物质，如氧化物、氮化物、碳化物和硼化物作抛光剂。在抛光浆料中使用胶体大小的颗粒基本上改善了基片表面的特性，降低了表面粗糙度并使表面所有的缺陷降到最低或彻底消除。在该浆料中使用多种氧化剂组合物将抛光率极大地提高了 50 到 250%。一般氧化剂和助氧化剂包括硝酸、硝酸的金属盐、高氯酸盐、过硫酸盐、高碘酸盐和高锰酸盐。这些氧化剂和助氧化剂的浓度控制在 0.01 到 50 总重量百分比。除非另有特殊表示，本说明书指得都是整个组合物的重量百分比。但是，从经济因素来说，浆料控制低于 10 重量百分比总氧化剂和助氧化剂是有益的。尽管浆料是对各种金属的和非金属的表面产生影响的，
- 25
- 30 但它对镀镍坚硬的硬盘提供了优良的抛光。例如，该抛光混合物使镀镍-磷的硬

盘获得了低于约 2Å 的表面粗糙度。

该浆料组合物取决于好几种组分的相互作用。水作为浆料的悬浮介质并成为组合物的平衡。

有益地是，加入约 2 到 60 重量百分比的平均颗粒直径小于约 5μm（有益地是小于 1μm）的抛光颗粒形成含水浆料。抛光剂的例子包括氧化物、氮化物、碳化物和硼化物。尤其是胶体氧化物，如平均直径小于约 1μm 的二氧化硅、氧化铝、二氧化铈、氧化锆、氧化钛形成优良的用于超光滑表面的抛光浆料。这里所述的一般抛光浆料通常是含水悬浮液，由平均直径优选在约 0.01μm 到 1μm 范围的二氧化硅或氧化铝胶体抛光剂组成。最小的平均直径至少为 0.01μm，确保了商业上实用的镍-磷磨削率。

该浆料包括至少 0.5 总重量百分比的初级氧化剂或促进剂的至少一种或组合，它们选自下组中： $\text{HNO}_3$ 、 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 、 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 、 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  和  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ 。试验数据已经表明硝酸铁化合物不能作为有效的初级氧化剂。不象上述列中硝酸盐化合物通过在水溶液中形成硝酸来氧化基片，硝酸铁中的铁元素只是相对较弱的氧化剂。有益地是，该氧化剂构成浆料的约 0.5 到 7.5 总重量百分比。最佳为初级氧化剂构成浆料的约 0.5 到 5 总重量百分比。

除了氧化剂，该浆料还包括少且有效量的至少一种或多种助氧化剂，它们选自下组中：过溴酸盐、高氯酸盐、高碘酸盐、过硫酸盐、高锰酸盐、硝酸铁、含铈盐、过苯甲酸类、硝酸盐化合物、过硼酸盐化合物、次氯酸盐化合物、亚氯酸盐化合物和氯化物化合物。少量低至至少约 0.01 总重量百分数的助氧化剂似乎与浆料中的氧化剂具有协同作用。有效的助氧化剂的具体例子包括  $\text{KIO}_4$ 、 $\text{NaIO}_4$ 、 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 、 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 、 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 、 $\text{KMnO}_4$ 、 $\text{Al}(\text{ClO}_4)_3$ 、 $\text{KClO}_4$ 、 $\text{NaClO}_4$ 、 $\text{NH}_4\text{ClO}_4$ 、 $\text{Fe}(\text{ClO}_4)_3$ 、 $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$ 、 $\text{NaNO}_2$ 、 $\text{KCl}$ 、 $\text{NaBO}_3$ 、 $\text{ClC}_6\text{H}_4\text{CO}_3\text{H}$ 、 $\text{NaClO}$ 、 $\text{NaClO}_2$  和  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 。有益地是，该浆料包括约 0.01 到 4 总重量百分比的助氧化剂来促进对基片的磨削。最有益地是，该浆料包括约 0.05 到 2 总重量百分比的助氧化剂用于镍-磷基片的理想磨削。

当使用高碘酸盐作助氧化剂时，最有益地是抛光浆料含有一种防止元素碘释放到大气中的添加剂。这些添加剂包括聚合物和共聚物（这些聚合物和共聚物具有直链和交联结构），如聚乙烯吡啶和聚乙烯吡咯烷酮、乙烯基吡咯烷酮/乙烯基乙酸酯、乙烯基吡咯烷酮/乙烯基甲基丙烯酸酯、乙烯基吡咯烷酮/乙烯基

丙烯酸、乙烯基吡咯烷酮/苯乙烯、乙烯基吡咯烷酮/乙烯基己内酰胺、乙烯基吡咯烷酮/乙烯基咪唑等等。各种分子量的直链聚合物可以缚结抛光工艺过程中所产生的碘。类似地，各种共聚物比例的共聚物和组合物也能够缚结碘。而且，各种交联比率的交联聚合物能够结合碘。此外，这些聚合物添加物的衍生物如

5 取代物应当在结合碘方面也是有效的。

任选地，pH 缓冲液或调节剂如强酸保持该浆料为酸性溶液。例如，硝酸、硫酸、盐酸、醋酸、葡糖酸和琥珀酸容易调节 pH 到最有益的范围。最有益地是，pH 缓冲液能够调节该浆料的 pH 到约 1 至 5 之间的数值。此外，当使用胶体颗粒时，向浆料中加入抗凝剂也是有益的。有益地是，该浆料中含有总量约

10 0.001 到 5 重量百分比的抗凝剂。最有益地是，它含有聚合物型抗凝剂如聚乙烯磺酸盐、聚苯乙烯磺酸盐、聚丙烯酸酯、聚苯乙烯磺酸-共-马来酸或者等同物。

当制备该浆料时，生产者能够使用固体或含水溶液形式的抗凝剂、氧化剂和助氧化剂。而且，有益地是在搅拌下制备浆料的悬浮液。

在本文列出的实施例 1 中，在 Strasbaugh 6EE 抛光机上评价不同浆料的抛光

15 性能，其中通过在两块旋转和压制的聚合物垫之间滑动镀镍一磷的记录硬盘来将其抛光。所用的向下压力为  $80\text{g/cm}^2$ 。抛光垫是由 Rodel Inc. 生产的 Politex DG HI。把该硬盘抛光 6 分钟并将浆料流动率设定在  $325\text{ml/分钟}$  不变。在完成每个抛光循环之后，在 Vtech 硬盘清洁机中把硬盘擦干净并用 Semitool 旋转冲洗机/干燥机干燥。通过测定抛光前后的硬盘总质量损失来决定镍托盘的磨削率；而

20 用 Veeco TMS 2000 和数字仪器 AFM 设备来测定表面粗糙度 (Ra)。用光学显微镜和使用光学检测系统 Hitachi RS1350 来目查表面缺陷。

表 1 显示了各种浆料组合物的抛光性能（样品 A 和 B 表示对照例）。没有任何氧化剂，只有二氧化硅胶体导致了几乎零磨削率，这表明胶体颗粒中没有机械磨料的存在。但是，含有各种氧化剂和助氧化剂的组合物实现的总镍托盘

25 磨削率高达  $0.28\mu\text{m/分钟}$ 。初级氧化剂贡献了高达 50% 的总磨削率并且也基本上维持了好的基片平度。加入各种助氧化剂和它们的混合物使磨削率增加了 2 倍。在所有助氧化剂中，高碘酸盐是最有效的磨削率增强剂。尽管助氧化剂和其混合物的存在显著增加了磨削率，但是当它们的浓度增加时该优点也将消失。这说明助氧化剂的理想用量和组合对总磨削率的最大化是非常重要的。助

30 氧化剂的额外用量没有对磨削率产生另外的改善。在表 1 中所示的总的结果也



建议二氧化硅胶体只起载体作用帮助化学抛光工艺而不是通过机械磨料直接对镍磨削起作用。

表 1.各种浆料组合物的抛光性能数据的例子

样品号	磨料 (重量%)	平均直径 (nm)	氧化剂 (重量%)	助氧化剂 (重量%)	磨削率 ( $\mu\text{m}/\text{分钟}$ )
A	$\text{SiO}_2$ ,14	100	无	无	~0
B	$\text{SiO}_2$ ,14	100	2.6 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ , 2.2 $\text{NH}_4\text{NO}_3$	无	0.10
1	$\text{SiO}_2$ ,14	100	2.6 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ , 2.2 $\text{NH}_4\text{NO}_3$	0.26 $\text{KIO}_4$	0.22
2	$\text{SiO}_2$ ,14	100	2.6 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ , 2.2 $\text{NH}_4\text{NO}_3$	0.26 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$	0.14
3	$\text{SiO}_2$ ,14	100	2.6 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ , 2.2 $\text{NH}_4\text{NO}_3$	0.26 $\text{Al}(\text{ClO}_4)_3$	0.12
4	$\text{SiO}_2$ ,7	100	2.6 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ , 2.2 $\text{NH}_4\text{NO}_3$	0.26 $\text{NaIO}_4$	0.17
5	$\text{SiO}_2$ ,7	100	2.6 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ , 2.2 $\text{NH}_4\text{NO}_3$	0.26 $\text{NaIO}_4$ , 0.26 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$	0.20
6	$\text{SiO}_2$ ,5.3	100	2.6 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ , 2.2 $\text{NH}_4\text{NO}_3$	0.42 $\text{NaIO}_4$ , 0.26 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$	0.19
7	$\text{SiO}_2$ ,8.5	40	2.6 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ , 2.2 $\text{NH}_4\text{NO}_3$	0.26 $\text{NaIO}_4$	0.25
8	$\text{SiO}_2$ ,8.5	40	2.6 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ , 2.2 $\text{NH}_4\text{NO}_3$	0.50 $\text{NaIO}_4$	0.25
9	$\text{SiO}_2$ ,6.4	40	2.6 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ , 2.2 $\text{NH}_4\text{NO}_3$	0.42 $\text{NaIO}_4$ , 0.26 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$	0.28
10	$\text{SiO}_2$ ,6.4	40	2.6 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	0.42 $\text{NaIO}_4$ , 0.26 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$	0.26
11	$\text{SiO}_2$ ,6.4	40	无	0.42 $\text{NaIO}_4$ , 0.26 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$	0.18

参考图 1，镍磨削率随着二氧化硅固体百分比以线性函数增长。

独特的胶体颗粒特征实现了原子级的光滑和无划痕的抛光表面。通过使用上述浆料组合物，用 TMS 2000 和 AFM 设备测定一般表面粗糙度 (Ra) 的范围在  $1\text{\AA}$  到  $2.5\text{\AA}$ 。所述的胶体颗粒是来自溶液的、无定形结构的和球形颗粒。最有益地是，单个分离的球体各自分散在含水介质中形成浆料悬浮液。这些无凝聚、柔软（无定形的）球体最有益地实现了低粗糙度和无缺陷的抛光表面。

表 2 说明另外的多种氧化剂体系和提供高的镍磨削率

样品号	磨料 (重量%)	平均直径 (nm)	氧化剂 (重量%)	助氧化剂 (重量%)	磨削率 ( $\mu\text{m}/\text{分钟}$ )
12	$\text{SiO}_2, 8$	40	1.4, $\text{NH}_4\text{NO}_3$	1.4, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ; 0.6, $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$	0.25
13	$\text{SiO}_2, 8$	40	1.4, $\text{NH}_4\text{NO}_3$	1.4, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ; 0.6, $\text{NaNO}_2$	0.28
14	$\text{SiO}_2, 8$	40	1.4, $\text{NH}_4\text{NO}_3$	0.6, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ; 0.2, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$	0.28
15	$\text{SiO}_2, 8$	40	1.4, $\text{NH}_4\text{NO}_3$	0.6, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ; 0.2, $\text{Fe}(\text{ClO}_4)_3$	0.29
16	$\text{SiO}_2, 8$	40	1.4, $\text{NH}_4\text{NO}_3$	0.8, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ; 0.6, $\text{NaBO}_3$ ; 0.1, $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$	0.25
17	$\text{SiO}_2, 8$	40	1.4, $\text{NH}_4\text{NO}_3$	0.8, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ; 0.4, $\text{ClC}_6\text{H}_4\text{CO}_3\text{H}$	0.21
18	$\text{SiO}_2, 8$	40	1.4, $\text{NH}_4\text{NO}_3$	0.3, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ; 0.1, $\text{NaClO}$	0.18
19	$\text{SiO}_2, 8$	40	1.4, $\text{NH}_4\text{NO}_3$	0.3, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ; 0.3, $\text{NaClO}_2$	0.20

氧化剂，如过硫酸盐、过苯甲酸、硝酸盐、过硼酸盐、次氯酸盐和氯化物都是在含水环境或酸性 pH 条件下化学性不稳定的。这些氧化剂在含水环境中会进行自身分解（或离解）。在多数情况下，温和的酸性 pH 条件和升高的温度也加速了自身分解反应。这些分解或离解导致了浆料中有用的氧化剂浓度随着时间下降。氧化剂浓度的下降在需要储存期的商业抛光应用中减小了功能和

功效。

而且，铁和铈盐只能在极低的 pH 条件下保持稳定。升高了的 pH 会导致氢氧化铁/氧化铁和氢氧化铈/氧化铈沉淀。而且，这种沉淀会导致抛光磨削率的下降和抛光表面缺陷的增加。

- 5 这些“不稳定”的助氧化剂的化学不稳定性在抛光应用中出现了实际问题，如储存期和抛光性能的不稳定。

上述不稳定性问题的一个解决方法是以上述助氧化剂稳定的形式储存它们，即，纯的和/或干燥形式，在抛光使用或接近抛光使用时把它们再掺入浆料中。例如，在抛光前 1 小时把助氧化剂混入水溶液中解决了多数氧化剂混合物的稳定性问题。这种方法极大地缩短了助氧化剂在含水环境和其他使其不稳定条件的接触时间。上述所列的助氧化剂的分解速率是以小时、天或周计的时间特征，取决于各单一化合物和实际条件。对镀镍硬盘基片来说，一般的抛光工艺需要花费几分钟的时间完成。所以，这种分隔为两部分的浆料方法消除了这个问题。

- 15 含铁和铈盐助氧化剂的浆料的其他解决方法是化学配位剂或螯合剂以形成稳定的含铁或铈离子的化学配合物。这种方法能够稳定在水溶液中的铁和铈盐并且能够急剧降低或防止铁或铈的氢氧化物/氧化物沉淀的形成。例如，具体的配位剂和螯合剂包括：EDTA（乙二胺四乙酸）、其盐和衍生物；丙二酸、其盐和衍生物；乙二胺、其盐和衍生物；氨和其盐；卤化物等等。

- 20 最有益地是，任选的抗凝聚合物防止了胶体球聚集、凝集、凝结和凝胶。当用这种稳定的分散液抛光硬盘时，实现了无划痕和无缺陷表面。表 3 显示了能够稳定硅胶分散液的聚合物的例子。

表 3. 硅胶悬浮液在低 pH 时的稳定性

样品编号*	平均直径 (nm)	稳定剂 (抗凝剂/抗凝胶剂)	重量%**	pH	24 小时的稳定性
20	100	无	0.1	2.0	凝胶化
21	40	无	0.2	2.0	凝胶化
22	100	聚乙二醇	0.1	2.0	稠
23	100	聚丙烯酸钠	0.1	2.0	稳定
24	100	聚乙烯磺酸钠	0.1	2.0	稳定
25	100	聚苯乙烯磺酸钠	0.1	2.0	稳定
26	40	聚乙二醇	0.2	2.0	凝胶化
27	40	聚丙烯酸钠	0.2	2.0	稠
28	40	聚乙烯磺酸钠	0.2	2.0	稳定
29	40	聚苯乙烯磺酸钠	0.2	2.0	稳定
30	40	聚苯乙烯磺酸-共-马来酸, 钠盐	0.2	2.0	稳定

\*各混合物含有 30 重量%的胶体二氧化硅颗粒, 7 重量%硝酸铝。

\*\*稳定剂重量对二氧化硅固体重量的百分比。

表 3 说明了强阴离子聚合物, 如聚苯乙烯磺酸盐和聚乙烯磺酸盐是所述条件下最有效的。这些阴离子聚合物分子吸附在胶体颗粒表面并提供了空间阻碍防止胶体凝聚从而稳定了胶体分散液。

最有益地是, 缓冲浆料到理想的 pH 范围约 1 到 5 会实现理想的抛光性能。在该 pH 范围中, 金属氧化物胶体表面质子化, 从而携带正静电荷, 它使得阳离子特征的聚合物的吸附更好, 这样分散液更稳定。此外, 这种低 pH 范围有益地提供了多种氧化剂系统的最大功效并提高了它的氧化性能; 这样, 它加速了化学抛光率。维持 pH 低于约 3 能够进一步加速基片的磨削率。最有益地是, 这种低 pH 范围可化学除去了硬盘表面的镍金属。

另一方面, 通过用更软和更小颗粒大小的氧化铝基的浆料抛光能够得到相对平滑的镍基片表面。这种试验数据表明非常细小 (0.10 到 0.25 $\mu\text{m}$ ) 的 $\gamma$ 相浆料能够容易地实现低于约 3.5Å 粗糙度。

使用球形金属氧化物磨料胶体颗粒提高了基片表面特性, 并且使细微表面

缺陷降到最小或消失。使用这种浆料，硬盘生产者能够显著降低有缺陷产品的数目和生产成本。任选使用抗凝剂 1)防止少量磨料聚集；2)使得浆料简单分散；和 3)延长它的储存期。使用稳定和酸性的多氧化剂系统能够提高抛光率 250% 之多并且缩短抛光循环时间。

- 5       有益地，该抛光方法包括使氧化剂功效最大化的下列步骤。首先，把抛光浆料前体倒入混合容器。这种前体不含助氧化剂。抛光浆料含有前面讨论过的抛光颗粒；至少约 0.5 总重量百分比的氧化剂，氧化剂选自下组中至少一种： $\text{HNO}_3$ 、 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 、 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 、 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  和  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ；和平衡水。然后在混合容器中把少且有效量的至少一种助氧化剂与抛光浆料前体混合形成活
- 10   性抛光浆料，其中助氧化剂选自下组中：过溴酸盐、高氯酸盐、高碘酸盐、过硫酸盐、高锰酸盐、硝酸铁、含铈盐、过苯甲酸类、硝酸盐化合物、过硼酸盐化合物、次氯酸盐化合物、亚氯酸盐化合物和氯化物。最后，用具有其至少 80 % 的混合氧化势的该活性抛光浆料的助氧化剂抛光基片以增加浆料的功效。

- 为了本说明的目的，当在混合 1 分钟内如用标准电极，如甘汞电极所测定
- 15   的混合氧化电势是浆料的电势。有益地是，一旦倒入抛光机器，浆料具有其至少约 90% 的混合氧化势。最有益地是，当抛光开始时，浆料具有其至少约 95 % 的混合氧化势。这种方法在使用稳定性较差的助氧化剂，如过硫酸盐、过苯甲酸、硝酸盐、过硼酸盐、次氯酸盐和亚氯酸盐时特别有效。

- 有益地是，带有导管作混合容器和浆料输送装置来实现抛光。在导管中把
- 20   助氧化剂倒入前体溶液中形成两部分浆料流。当助氧化剂和前体的混合物通过导管流动时，它们混合形成活性抛光浆料。然后通过该导管运送或传送活性抛光浆料到抛光机中提供最小降解的活性浆料。使导管接近抛光机以进一步减少活性浆料在导管中的共振时间。一般，减少在导管或混合容器中的滞留时间通过限制助氧化剂的降解趋于增加抛光性能。例如，一般在导管中混合的浆料的
- 25   滞留时间小于约 20 秒。

任选可能有储存槽作混合容器。带有这种设备，前体溶液和助氧化剂在储存槽中混合，然后通过导管或其他装置输送或传送活性抛光浆料到抛光机中。当助氧化剂具有一定稳定性时，这种工艺更有用。例如，当助氧化剂在可测定的降解出现前具有至少 1 天储存期时，这种工艺最有效。

- 30    尽管本发明只公开了硬盘抛光浆料的选择性例子，但是对本领域普通技术

- 人员来说任何符合上述特征的浆料组合物用于所述的用途都是显而易见的。例如，各种金属氧化物材料的胶体球一般应当适合用于抛光剂。任何水溶性高碘酸盐、过硫酸盐、硝酸盐、高锰酸盐、高氯酸盐、过硼酸盐及其混合物应当适用于氧化剂和助氧化剂。任何阴离子特征的聚合物，如含碘酸盐的聚合物、含
- 5 羧酸盐的聚合物及其衍生物应当适于作为胶体分散液的稳定剂。此外，这些化学物质能够以固体或者水溶液的形式用于该浆料中。